

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-35705

(43) 公開日 平成11年(1999) 2月9日

(51) Int.Cl.⁶

C 0 8 J 5/18

B 2 9 C 41/12

41/24

C 0 8 K 3/32

C 0 8 L 81/06

識別記号

C E Z

F I

C 0 8 J 5/18

B 2 9 C 41/12

41/24

C 0 8 K 3/32

C 0 8 L 81/06

C E Z

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 3 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号

特願平9-199941

(22) 出願日

平成9年(1997) 7月25日

(71) 出願人 000002093

住友化学工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

(72) 発明者 金光 昭佳

愛媛県新居浜市惣開町5番1号 住友化学
工業株式会社内

(74) 代理人 弁理士 久保山 隆 (外1名)

(54) 【発明の名称】 ポリエーテルスルホン系樹脂フィルムの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 高い色調を要求される液晶素子用基板や位相差フィルムなどの光学フィルムに適した黄変度が低いポリエーテルスルホン系樹脂フィルムの製造方法を提供する。

【解決手段】 ポリエーテルスルホン系樹脂を溶媒に溶解した樹脂溶液を支持体上に流延し、乾燥後、支持体から剥離してポリエーテルスルホン系樹脂フィルムを製造する方法において、樹脂溶液に次亜リン酸および／または亜リン酸を添加して行うことを特徴とする。

【特許請求の範囲】

【請求項1】ポリエーテルスルホン系樹脂を溶媒に溶解した樹脂溶液を支持体上に流延し、乾燥後、支持体から剥離してポリエーテルスルホン系樹脂フィルムを製造する方法において、樹脂溶液に次亜リン酸および／または亜リン酸を添加して行うことを特徴とするポリエーテルスルホン系樹脂フィルムの製造方法。

【請求項2】次亜リン酸および／または亜リン酸の添加量がポリエーテルスルホン系樹脂に対して50～2000ppmである請求項1記載の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明はポリエーテルスルホン系樹脂(PES)フィルムを製造する方法に関する。詳しくはフィルム色調に優れたPESフィルムを安定的に製造する方法に関する。液晶素子用基板や位相差フィルムなどの光学フィルムに要求される色調に優れたフィルムの製造に適した方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来から、フィルムは種々の方法で製造されている。中でも、光学用途のフィルムは、溶融押出法と溶剤キャスト法で製造される場合が多い。溶融押出法は溶剤キャスト法に比べて製造工程が簡単であるが、未溶融物や異物除去が困難であるため、得られるフィルムには、ダイラインなどによる表面平滑性の低下や熱による着色が起きやすく、また異物等を核とする表面欠陥を生じ易く、光学フィルムの製造には必ずしも向いていない。一方、溶剤キャスト法は、溶剤を使うこと、乾燥工程が必要であることなど工程上の問題はあるものの、表面平滑性、厚み精度が良好であり、樹脂溶液をろ過することによって容易に異物除去ができ、また熱による着色がないため、光学フィルムの製造には適した方法である。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、液晶素子用セル基板や、位相差フィルムとしてPESフィルムを用いた場合、PES樹脂そのものの着色に起因する着色により、必ずしも満足できる品質のPESフィルムは得られていない。本発明者はかかる事情に鑑み、PESフィルムの着色を低減させ、透明性を向上させるべく鋭意検討した結果、樹脂溶液に次亜リン酸および／または亜リン酸を添加して行うことにより、得られるPESフィルムの色調、特に黄変度を改善できることを見出し、本発明に至った。

【0004】

【課題を解決するための手段】すなわち本発明は、ポリエーテルスルホン系樹脂を溶媒に溶解した樹脂溶液を支持体上に流延し、乾燥後、支持体から剥離してポリエーテルスルホン系樹脂フィルムを製造する方法において、樹脂溶液に次亜リン酸および／または亜リン酸を添加して行

うことを特徴とするポリエーテルスルホン系樹脂フィルムの製造方法である。

【0005】

【発明の実施の形態】本発明で用いられるPESは、通常、下式 化1

【0006】

【化1】 $[-\text{ph}-\text{SO}_2-\text{ph}-\text{O}-]$

(式中、phはフェニル基を表す。)で示される繰り返し構造単位からなる樹脂であるが、強度、耐久性、樹脂溶液の安定性など、種々の物性改善のために、他の繰り返し構造単位を含む共重合体であってもよい。このような繰り返し構造単位としては、下式 化2

【0007】

【化2】 $[-\text{ph}-\text{SO}_2-\text{ph}-\text{O}-\text{A}-\text{O}-]$

(式中、phはフェニル基を、Aは次式 化3または化4を表す。)

【0008】

【化3】 $[-(\text{ph})_n-]$

(式中、phはフェニル基を、nは1～4の整数を表す。)

【0009】

【化4】 $[-\text{ph}-(\text{B}-\text{ph})_m-]$

(式中、phはフェニル基を、Bは炭素数1～3のアルキレン基、酸素原子または硫黄原子を、mは1～3の整数を表す。)

【0010】本発明で用いられる溶媒は、PESを溶解するものであれば特に制限されるものではなく、例えば、N,N-ジメチルホルムアミド、N-メチル-2-ピロリドン、塩化メチレン、クロロホルムなどが挙げられる。これらの溶媒は2種以上を混合して用いることができる。また、添加される次亜リン酸、亜リン酸の樹脂溶液への溶解性を上げるため、上記のようなPESを溶解しやすい溶媒と、アセトン、メタノールのような、単独ではPESを溶解しにくい溶媒との混合溶媒を用いることもできる。

【0011】樹脂溶液中のPES濃度は、均一で安定な溶液が得られ、安定した流延が得られる粘度が確保されれば特に限定されるものではないが、ダイ、ドクターナイフなどを用いる場合は、乾燥時に風紋やさざ波状の欠陥が生じないようにするために樹脂溶液の粘度が約15ポイズ以上になるような濃度が好ましい。また、樹脂溶液をシャーレなどの容器に流延する場合、あるいはスピコート法などで行う場合は、樹脂溶液の広がり易さを考え、比較的低粘度(約15ポイズより低め)になるような濃度が好ましい。

【0012】本発明で用いられる支持体としては、通常の溶剤キャスト法で用いられるものが用いられ、ガラス板、離型処理を施したPETフィルム、金属ベルト、回転ドラムなどの種々の材質、形態のものが挙げられる。

【0013】PES溶液の流延方法は、通常の溶剤キャ

スト法で用いられる方法が用いられ、スピンコート法、ドクターナイフ法を用いる方法、ダイを用いる方法、回転ロールを用いる方法、コンマロールを用いる方法などが挙げられる。

【0014】PESフィルムの製造は、上記の粘度になるよう樹脂濃度を調整した樹脂溶液を支持体上に流延し、乾燥した後、フィルムを剥離して行われる。乾燥方法は、特に制限されるものではないが、樹脂の耐熱温度、溶媒の揮発性を考慮して設定された温度の熱風によって行うのが好ましい。

【0015】本発明において樹脂溶液に添加する次亜リン酸および／または亜リン酸の量は、通常、50～2000ppm程度である。少なすぎると効果が小さく、多すぎると得られるフィルムが脆くなるなど他の物性に影響があるので好ましくない。

【0016】次亜リン酸および／または亜リン酸の樹脂溶液への添加方法は、特に制限されるものではない。一般に極性の低い有機系溶媒には溶解されにくいので、樹脂の溶解性を損なわない範囲で、水、メタノールなどの比較的極性の高い溶剤を用い、混合溶媒としてから、次亜リン酸および／または亜リン酸を添加、溶解させるか、あるいは比較的極性の高い溶剤に添加、溶解し、これを主溶媒と混合させる方法で通常行われる。

【0017】

【発明の効果】本発明の方法により、黄変度が低いPESフィルムを製造することができ、特に高い色調を要求される液晶素子用基板や位相差フィルムなどの光学フィルムを製造する方法として適している。

【0018】

【実施例】以下、本発明を実施例で詳細に説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。な

お、フィルムの厚みはミットヨ社製マイクロメータを用いて、全光線透過率およびヘイズは日本精密光学(株)社製ボイック積分球式ヘイズメーターを用いて、黄変度(YI)は日本電飾社製色彩色差計を用いて測定した。

【0019】実施例1

次亜リン酸0.08重量部をメタノール2重量部に溶解させ、これを塩化メチレン98重量部と混合し、次亜リン酸の塩化メチレン溶液(A)を得た。下式(化5)で示される繰り返し構造単位を82.4モル%、および化6で示される繰り返し構造単位17.6モル%を有するPES15重量部に、PESに対して次亜リン酸が100ppmになるように溶液(A)を加え、さらに溶液(A)との合計量が85重量部になるように塩化メチレンを加え、樹脂溶液を得た。

【0020】

【化5】 $[-\text{ph}-\text{SO}_2-\text{ph}-\text{O}-]$

【0021】

【化6】 $[-\text{ph}-\text{SO}_2-\text{ph}-\text{O}-\text{ph}-\text{ph}-\text{O}-]$

【0022】この樹脂溶液をガラスシャーレに注液、流延させた後、室温にて一昼夜静置し、溶剤を揮発させた。ガラスシャーレから取り出した後、90℃で8時間、120℃で8時間乾燥させ、PESフィルムを得た。得られたフィルムの評価結果を表1に示す。

【0023】実施例2～4、比較例1～8

表1に示す添加剤およびその量を用いた以外は実施例1と同様に行いPESフィルムを得た。得られたフィルムの評価結果を表1に示す。

【0024】

【表1】

	添加剤	添加量 (ppm)	全光線 透過率 (%)	ヘイズ (%)	黄変度 (YI)	フィルム 厚み (μm)
実施例1	次亜リン酸	100	89.7	0.4	0.92	94
2	次亜リン酸	500	89.2	0.7	1.01	102
3	次亜リン酸	500	89.3	0.7	1.29	105
4	亜リン酸	300	89.0	0.6	1.20	103
比較例1	なし	0	88.6	0.8	1.49	90
2	なし	0	89.7	0.2	1.57	110
3	炭酸トリクレジル	300	89.0	1.1	1.38	101
4	炭酸トリ n-ブチル	300	88.5	1.1	1.49	99
5	炭酸トリフェニル	300	88.5	0.6	1.60	107
6	炭酸ジフェニル	300	88.5	0.3	1.53	104
7	亜リン酸トリフェニル	300	88.5	0.7	1.62	95
8	亜リン酸ジフェニル	300	88.6	0.6	1.43	87

フロントページの続き

(51)Int. Cl.⁶

// B29K 71:00

B29L 7:00

識別記号

F I